

Isolasi Senyawa dari Ekstrak Etil Asetat Kulit Batang Tumbuhan Nyiri Batu

Isolation of Compound from Ethyl Acetate Extract Nyiri Batu Stem Bark

Miftahul Hasan Diarja* dan Tukiran

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya, 60231

* email: arjanevo@gmail.com

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang isolasi dari ekstrak etil asetat kulit batang tumbuhan nyiri batu, yang bertujuan untuk mengetahui struktur molekul senyawa hasil isolasi dari ekstrak etil asetat kulit batang tumbuhan nyiri batu. Isolasi dimulai dengan ekstraksi serbuk kering kulit batang tumbuhan nyiri batu dengan etil asetat. Lalu diikuti pemisahan melalui metode kromatografi (KCV dan KKG) yang selalu dimonitor melalui KLT analisis. Identifikasi isolat ditentukan dengan spektroskopi UV, IR, dan GC-MS. Berdasarkan data analisis spektroskopi diperoleh senyawa yaitu 4-(Hydroxymetil)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxsolane.

Kata kunci: Nyiri batu, Meliaceae, ekstrak etil asetat, 4-(Hydroxymetil)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxsolane.

Abstract. It had been done a research about isolation on the ethyl acetate extract of nyiri batu stem bark. The aim of the research is to determine the molecular structure of compound isolated from the extract. Isolation was initiated through maceration process using ethyl acetate as solvent. It was then followed by separated using various chromatographic techniques (VLC and GLC) that was always monitored by TLC. After finding pure isolate, the determinations of molecular structure of isolate was subjected using various spectroscopic data UV-Vis, IR, and GC-MS. Based on spectroscopic data analysis, it can be predicted that the molecular structure isolate is 4-(Hydroxymethyl)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxsolane.

Keyword: Nyiri batu, Meliaceae, extract ethyl acetate, 4-(Hydroxymethyl)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxsolane.

PENDAHULUAN

Tumbuhan mempunyai banyak kandungan senyawa kimia, diantaranya adalah senyawa metabolit sekunder. Senyawa tersebut dihasilkan secara terbatas oleh organisme, dan sangat beragam antara tanaman satu dengan yang lain. Pada genus *Xylocarpus* yang merupakan salah satu genus dari famili Meliaceae, merupakan jenis mangrove sejati yang banyak tumbuh di daerah pasang surut, pematang sungai pasang surut, serta tampak sepanjang pantai atau daerah paling dekat dengan daratan. Genus *Xylocarpus* banyak tersebar pada daerah pesisir Asia Tenggara, Australia, Afrika Timur, dan Samudra Hindia. Genus *Xylocarpus* hanya memiliki tiga jenis

spesies yang berasal dari famili Meliaceae yaitu *Xylocarpus granatum*, *Xylocarpus moluccensis*, dan *Xylocarpus rumphi* [1].

Komponen kimia yang terdapat dalam genus *Xylocarpus* termasuk diantaranya triterpenoid, alkaloid, asam fenolik, flavanol, steroid, dan monoterpen [2]. Dilaporkan bahwa suatu limonoid baru, xylocensin K, telah diisolasi dari buah *Xylocarpus granatum*, bersama dengan campuran steroid, asam lemak rantai panjang, dan alkohol [3]. Disisi lain telah berhasil diisolasi beberapa senyawa limonoid jenis phragmalin, yaitu enam senyawa 8, 9, 30-phragmalin orto ester baru, seperti xylocensin Q-U, bersama dengan xylocensin P dari kulit batang tumbuhan

Xylocarpus granatum [4]. Dilaporkan juga senyawa xylocensin L yang merupakan suatu heptasiklik A, B, D-seco limonoid yang sangat mudah teroksidasi, dengan suatu cincin 8,30-epoksi dan suatu jembatan oksigen antara C1 dan C29 telah diisolasi dari kulit batang tumbuhan tersebut [5].

Selain itu, beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa tumbuhan *Xylocarpus moluccensis* (nama local: Nyiri Batu) merupakan tumbuhan yang banyak sekali ditemukan di Sedati, Sidoarjo. Tumbuhan ini merupakan kerabat dekat dengan tumbuhan *Xylocarpus granatum*, telah berhasil diisolasi dari ekstrak heksana kulit batang tumbuhan nyiri batu, ditemukan dua senyawa sterol, yaitu β -sitosterol dan stigmasterol [6]. Juga berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh [7]. Dilaporkan bahwa senyawa 1-nonadecene, kampesterol, β -sitosterol, stigmasterol, dan 2-ethylhexyl (4-methoxy)-cinnamate telah diisolasi dari ekstrak kloroform kulit batang tumbuhan *Xylocarpus moluccensis*.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan kimia yang digunakan untuk proses ekstraksi adalah pelarut etil asetat teknis, sedangkan pada proses rekristalisasi dan analisis kemurnian isolat adalah pelarut etil asetat, metanol, dan *n*-Heksana. Pelat KLT kieselgel G 60 F-254, untuk Kromatografi Cair Vakum (KCV), dan Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) dengan fase diamana menggunakan silica gel 60 (0,040-0,063 mm), dan untuk keperluan impleknasi menggunakan silica gel 60 (0,2-0,5 mm).

Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :satu set alat KKG, KCV, *evaporator vacuum rotary*, vial berukuran 100 ml dan 15 ml, gelas kimia, gelas ukur, pipet, pipa kapiler, dan untuk

penentuan struktur isolat adalah spektroskopi UV-Vis, IR, dan GC-MS.

PROSEDUR KERJA

Tahap Persiapan Sampel Nyiri Batu

Kulit batang tumbuhan nyiri batu dikupas kulitnya dan dibersihkan dari kotoran yang menempel, dipotong kecil-kecil kemudian dikeringanginkan dan digiling hingga menjadi serbuk kering.

Tahap Ekstraksi dan Isolasi Sampel Nyiri Batu

Sebanyak 1,5 kg serbuk kering nyiri batu diekstraksi dengan cara maserasi menggunakan etil asetat selama 24 jam yang diulang hingga 3 kali. Selanjutnya filtrat dari hasil penyaringan dengan corong Buchner dilakukan evaporasi sampai terbentuk ekstrak kental etil asetat yang keseluruhan hasil proses tersebut terkumpul sebanyak 249 gram. Lalu sebanyak 20 gram ekstrak kental dilakukan fraksinasi melalui KCV1 dan KCV2 dengan menggunakan degradasi eluen yang sama yaitu, (H=100%, H:EM=5:4:1, H:EM=4:5:1, H:EM=3:6:1, H:E:M=2:7:1, etil asetat=100%, metanol=100%), dan dihasilkan 14 fraksi. Berdasarkan profil KLT (H:E:M=3:6:1) fraksi yang mempunyai nilai R_f sama di gabung menjadi 3 fraksi sederhana yaitu (EAa: 1-5, EAb: 6-11, dan EAc:12-14) dan selanjutnya dipilih salah satu fraksi utama yaitu, fraksi (EAb:6-11) untuk dilakukan fraksinasi lebih lanjut dengan metode KKG (eluen H:EM = 4:6:1) dan didapat 52 fraksi kemudian digabung menjadi 6 fraksi utama berdasarkan analisis KLT yaitu (A:1-4, B:5-6, C:7-8, D:9-11, E: 12-17, F:18-50). Pekerjaan berikutnya difokuskan pada noda utama yang berada pada nilai R_f 0 – 0,25 yang merupakan fraksi (E:12-7) dan disebut sebagai isolat fraksi polar. Kemudian isolat tersebut dilakukan rekristalisasi menggunakan pelarut *n*-heksana : etil asetat = 1:3, dan dihasilkan isolat dengan berat 0.0148 g. Selanjutnya

dilakukan uji kemurnian isolat dengan uji titik leleh dan hasilnya adalah 204-205°C.

Tahap Identifikasi Senyawa hasil Isolasi

Penentuan struktur molekul isolat dilakukan melalui beberapa langkah atau tahap uji spektroskopi. Langkah- langkah tersebut adalah (1) Melakukan pengukuran spektrum UV-Vis untuk menentukan gugus kromofor, (2) Melakukan pengukuran spektrum IR untuk mengetahui gugus fungsi, dan (3) Melakukan pengukuran GC-MS untuk mengetahui secara pasti senyawa dari isolat dan pola fragmentasinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

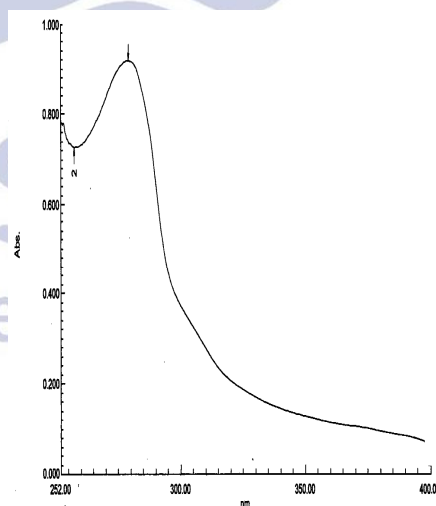
Isolasi Senyawa

Serbuk halus tumbuhan nyiri batu seberat 1,5 kg dimaserasi menggunakan pelarut etil asetat sebanyak ± 12 L. Maserasi dilakukan 3 kali pengulangan masing-masing selama 24 jam pada suhu kamar dengan ketinggian pelarut pada saat merendam ± 1 cm di atas sampel. Filtrat yang didapat berwarna coklat dan berikutnya dievaporasi menggunakan *vacuum rotary evaporator* untuk mendapatkan ekstrak dengan total berat 249 g dimana setiap maserasi menghasilkan 124 g, 107 g, dan 18 g. Selanjutnya sebanyak 20 g ekstrak kental dibagi menjadi 2 bagian untuk dilakukan pemisahan dengan metode KCV dengan eluen yang sama *n*-heksan : etil asetat : metanol = *n*-heksan 100%; 5:4:1; 4:5:1; 3:6:1; 2:7:1; etil asetat 100%, dan metanol 100%. Masing-masing untuk volum eluen adalah 200 ml, sehingga diperoleh masing-masing 14 fraksi. Dari hasil KCV I dan II diperoleh fraksi gabungan EAb. Pada fraksi EAb dilakukan pemisahan senyawa kembali dengan

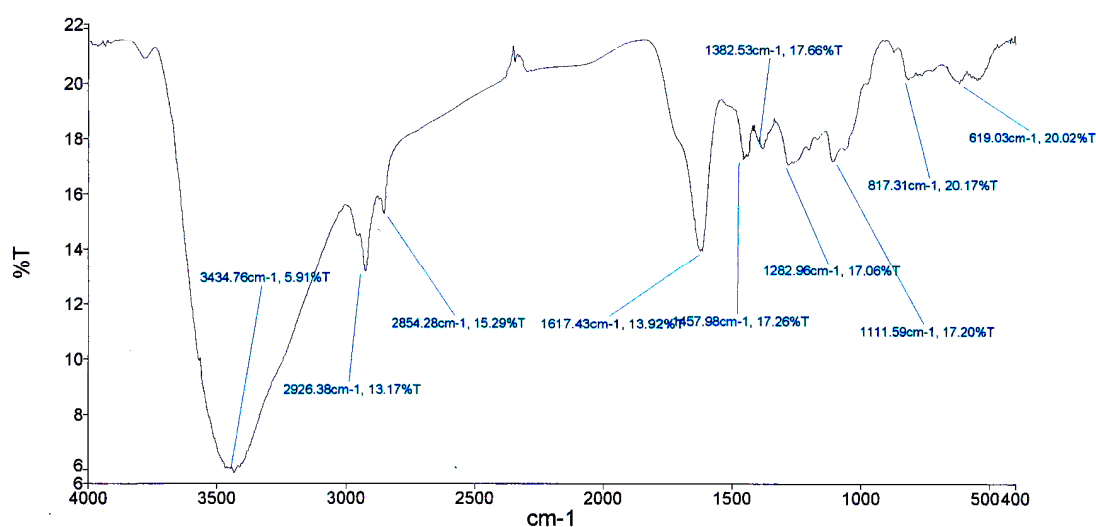
metode KKG menggunakan eluen *n*-heksan : etil asetat : metanol = 4:6:1 dan didapat 52 fraksi yang selanjutnya dilakukan penggabungan fraksi berdasarkan nilai RF. Dan didapat 6 fraksi gabungan. Selanjutnya dari ke 6 fraksi gabungan ini dilakukan pemfokusan pekerjaan pada fraksi F5, yang selanjutnya dilakukan penguapan dan dilakukan penimbangan untuk mengetahui berat keringnya. Berat isolat yakni 0,0148 gram. Selanjutnya dilakukan rekristalisasi dan didapat kristal lempengan merah kecoklatan lalu dilakukan uji titik leleh memberikan suhu 204 - 205 °C, yang selanjutnya dilakukan identifikasi senyawa menggunakan instrumen yaitu UV- Vis, IR, dan GC-MS.

Identifikasi senyawa

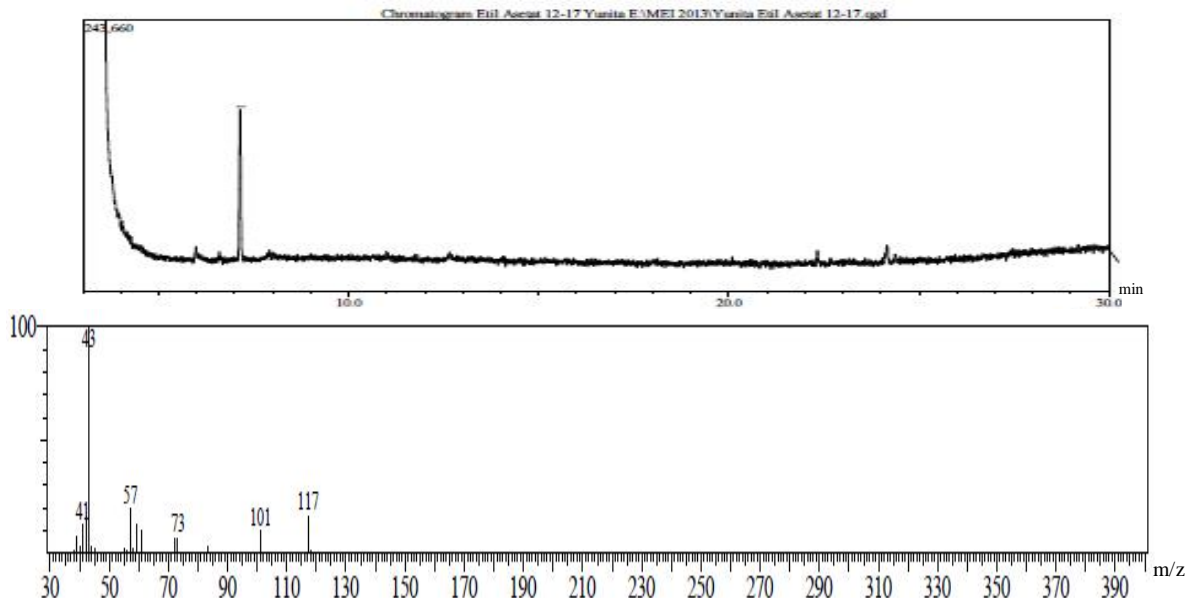
Data spektroskopi (UV- Vis, IR, dan GC-MS) untuk isolat dijelaskan sebagai berikut. Hasil pengukuran spektrum UV- Vis dari isolat dalam pelarut etil asetat menunjukkan puncak serapan pada panjang gelombang sekitar 279 nm. Dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Spektrum UV-Vis Isolat Nyiri Batu



Gambar 2. Spektrum IR Isolat Nyiri Batu



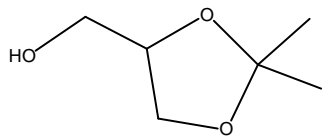
Gambar 3. Kromatogram GC- MS Isolat Nyiri Batu

Spektrum infra merah (IR) senyawa hasil isolat pada gambar 3 memperlihatkan pada bilangan gelombang $\nu_{\text{maks}} = 3434,76 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus -OH regang; pita serapan pada bilangan gelombang $\nu_{\text{maks}} = 2926,38 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus regang C-H pada $\text{CH}_3\text{-}$, $\text{CH}_2\text{-}$; pita serapan pada bilangan gelombang $\nu_{\text{maks}} = 1457,98 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya tekuk C-H ; dan pita serapan pada bilangan gelombang $\nu_{\text{maks}} = 1282,96 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya regang C-O .

Berdasarkan data kromatogram GC-MS seperti terlihat pada gambar 3 didapatkan satu puncak utama yang dominan. Selanjutnya dilakukan indentifikasi isolat dengan membandingkan pola spektrum massa isolat tersebut dengan pola spektrum massa dalam data base library WILEY229.LIB yang didapat data sebaran ion fragmentasi (m/z) : 43, 57, 72, 101, dan 117.

Database dari library WILEY229.LIB memperlihatkan bahwa isolat fraksi polar adalah 4-(Hydroxymethyl)-2,2-Dimethyl

-1,3-Dioxolane yang memiliki formula $C_6H_{12}O_3$.



Gambar 4. 4-(Hydroxymethyl)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxolane (sumber : library WILEY229.LIB)

PENUTUP

Kesimpulan

Berdasarkan data dan hasil pembahasan terhadap hasil penelitian isolasi dari ekstrak etil asetat tumbuhan nyiri batu diduga bahwa isolat adalah 4-(Hydroxymethyl)-2,2-Dimethyl-1,3-Dioxolane yang mempunyai rumus molekul $C_6H_{12}O_3$ dengan m/z 132.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kelancaran pelaksanaan penelitian ini atas dasar dukungan dana dari DP2M, Dikti TA 2013 pada skim penelitian Hibah Bersaing sesuai dengan SK Rektor No. 081/UN38/HK/LT/2013 tanggal 7 Februari 2013.

DAFTAR PUSTAKA

1. Rudjiman. 2013. *Xylocarpus*. <http://www.proseanet.org/prohati2/brows er.php?docsid=388> (diakses pada tanggal 20 November 2013).
2. Shen, Li-Ru., Gou, Dong., Yu, Mei-Yue., Yin, Bao- Wei., Zhao Lei., Shi Qing- Wen., Wang, Li-Yong & Huo, Chang- Hong. 2009. Chemical Constituents of Plants from the Genus *Xylocarpus*. *Chemistry & Biodiversity*. 6: 1293-1308.
3. Kokpol, Udom., Warinthorn Chavasiri., Santi Tip-pyang., Gaysorn Veerachato., Fenglin Zhao., Jim Simpson & Rex T. Weavers. 1996. A Limonoid from *Xylocarpus granatum*. *Phytochemistry*. 41: 903-905.
4. Cui Jianxin., Zhiwei Deng., Jun Li., Hongzheng Fu., Peter Proksch & Wenhan Lin. 2005. Phragmalin-type Limonoids from The Mangrove Plant *Xylocarpus granatum*, *Phytochemistry*. 66: 2334-2339.
5. Wu, Jun, Qiang Xiao., Si Zhang., Xiang Li., Zhihui Xiao., Haixin Ding & Qingxin Li. 2005. Xylocensins Q–V, Six New 8,9,30-Phragmalin ortho Ester Antifeedants from The Chinese Mangrove *Xylocarpus granatum*. *Tetrahedron*. 61: 8382-8389
6. Taufiqurrahman, Mochammad. 2010. Isolasi, Identifikasi dan Uji Bioaktivitas Insektisida Isolat dari Ekstrak N-Heksana Kulit Batang Tumbuhan Nyiri Batu *Xylocarpus molluccensis* (Lamk) M. Roem (Meliaceae). *Skripsi* tidak dipublikasikan. Surabaya : Unesa.
7. Cahyasari, Septiani Setyo. 2011. Isolasi dan Identifikasi Suatu Senyawa Metabolit Sekunder serta Uji Bioaktivitas Insektisida Isolat dan Ekstrak Kloroform Kulit Batang Tumbuhan Nyiri Batu *Xylocarpus moluccensis* (Lamk) M.Roem (Meliaceae). *Skripsi* tidak dipublikasikan. Surabaya : Unesa.